

## Aluminium-coated steel sheet and process for its manufacture

**Publication number:** DE3227853 (A1)

**Publication date:** 1984-01-26

**Inventor(s):** UCHIDA YUKIO [JP]; TAKAGI KAZUHIRO [JP]; KATAYAMA KIICHIROU [JP]; KAWASE HISAO [JP]

**Applicant(s):** NISSHIN STEEL CO LTD [JP]

**Classification:**


- **international:** B32B15/01; C23C2/12; C23C2/26; B32B15/01; C23C2/04; C23C2/26; (IPC1-7): B32B15/18; C21D9/46; C23C1/08; C23C5/00

- **European:** B32B15/01C; C23C2/12; C23C2/26


**Application number:** DE19823227853 19820726

**Priority number(s):** DE19823227853 19820726

**Also published as:**

 DE3227853 (C2)

**Cited documents:**

 JP32357 (A2)

### Abstract of DE 3227853 (A1)

An aluminium-coated steel sheet with excellent formability and corrosion resistance, the sheet having a steel substrate with a recrystallised structure, an Al-Si coating layer of recrystallised structure on at least one surface of the substrate and a discontinuous interlayer of intermetallic Al-Fe-Si compounds. The product can be manufactured in a convenient manner by rolling an Al-Si hot-dipped steel sheet and by tempering of the rolled sheet under suitably selected conditions.

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

①2 Offenlegungsschrift  
①1 DE 3227853 A1

⑤1 Int. Cl. 3:  
B32B 15/18

C 21 D 9/46  
C 23 C 1/08  
C 23 C 5/00

②1 Aktenzeichen: P 32 27 853.6  
②2 Anmeldetag: 26. 7. 82  
④3 Offenlegungstag: 26. 1. 84

⑦1 Anmelder:

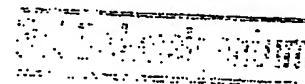
Nisshin Steel Co., Ltd., Tokyo, JP

⑦4 Vertreter:

Wagner, K., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 8000 München

⑦2 Erfinder:

Uchida, Yukio, Sakai, Osaka, JP; Takagi, Kazuhiro,  
Amagasaki, Hyogo, JP; Katayama, Kiichirou,  
Funabashi, Chiba, JP; Kawase, Hisao, Kure,  
Hiroshima, JP



⑤4 Aluminiumbeschichtetes Stahlblech und Verfahren zu dessen Herstellung

Ein mit Aluminium überzogenes Stahlblech mit ausgezeichneter Formfähigkeit und Korrosionswiderstand, wobei das Blech ein Stahlsubstrat mit einer rekristallisierten Struktur aufweist, eine Al-Si-Überzugsschicht einer rekristallisierten Struktur auf mindestens einer Oberfläche des Substrats und eine diskontinuierliche Zwischenschicht aus Al-Fe-Si-Intermetallverbindungen. Das Produkt kann in bequemer Weise durch Walzen eines Al-Si-heißgetauchten Stahlblechs hergestellt werden und durch Anlassen des gewalzten Blechs bei geeigneten ausgewählten Bedingungen.  
(32 27 853)

DE 3227853 A1

3227853

25.07.02

- 1 -

PATENTANSPRÜCHE

1. Mit Aluminium überzogenes Stahlblech, welches folgendes aufweist:
  - (1) ein Stahlsubstrat, welches 0,002 bis 0,02 Gew.-% gelöstes N und nicht mehr als  $\sqrt{5/3N - 1/300}$  Gew.-% Gesamt- oder Total-C enthält, wobei N den Prozentsatz des gelösten N repräsentiert und wobei das Substrat eine rekristallisierte Struktur aufweist,
  - (2) eine Aluminium-Überzugsschicht auf mindestens einer Oberfläche des Stahlsubstrats, und zwar im wesentlichen Al und 1 bis 15 Gew.-% Si aufweisend, und zwar mit einer rekristallisierten Struktur, und
  - (3) eine diskontinuierliche Zwischenschicht an der Grenzfläche zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminium-Überzugsschicht und im wesentlichen Al-Fe-Si-intermetallische Verbindungen aufweisend.
2. Mit Aluminium überzogenes Stahlblech nach Anspruch 1, wobei bei Beobachtung in einem Längsquerschnitt die diskontinuierliche Zwischenschicht aufeinanderfolgende diskrete Inseln aufweist, die im wesentlichen Al-Fe-Si-intermetallische Verbindungen aufweisen, und wobei die individuellen Inseln eine Durchschnittsgröße von nicht größer als 10 µm aufweisen, wobei die Summe der Spalte zwischen benachbarten Inseln 10 bis 50% der Gesamtlänge ausmacht.
3. Verfahren zur Herstellung eines aluminiumbeschichteten Stahlblechs unter Verwendung folgender Schritte:
  - (a) Walzen eines aluminiumbeschichteten Stahlblechs, welches ein Stahlsubstrat aufweist, das 0,002 bis 0,02

2001.01.01

-% gelösten N und nicht mehr als  $\sqrt{5/3N - 1/300}$  Gew.-% Gesamt-C aufweist, wobei N den Gewichtsprozentsatz des gelösten N bedeutet, und wobei ferner eine Aluminium-Überzugsschicht auf mindestens einer Oberfläche des Stahlsubstrats vorhanden ist und im wesentlichen Al und 1 bis 15 Gew.-% Si enthält, und wobei ferner eine kontinuierliche Zwischenschicht zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminium-Überzugsschicht vorhanden ist und im wesentlichen Al-Fe-Si-Zwischenverbindungen aufweist, und wobei ferner eine Walzrate vorgesehen ist, die ausreicht, um die Unterteilung der kontinuierlichen Zwischenschicht in Abschnitte zu bewirken, und

(b) Anlassen des gewalzten, mit Aluminium überzogenen Stahlblechs bei einer Temperatur ausreichend zur Rekristallisierung des Stahlsubstrats, aber nicht ausreichend für die gegenseitige Al-Fe-Diffusion zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminium-Überzugsschicht.

4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei der Walzschrift mit einer Walzrate ausgeführt wird, die ausreicht, um die kontinuierliche Zwischenschicht in aufeinanderfolgende diskrete Inseln zu unterteilen, und zwar gesehen in einem Querschnitt längs der Walzrichtung, und wobei ferner die einzelnen Inseln eine Durchschnittsgröße von nicht mehr als 10  $\mu\text{m}$  aufweisen, wobei die Summe der Spalte zwischen benachbarten Inseln 10 bis 50% der Gesamtlänge ausmacht.
5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, wobei der Walzschrift mit einer Walzrate von 30 bis 70% ausgeführt wird, und wobei ferner der Anlaßschritt bei einer Temperatur von 500 bis 600°C vorgenommen wird.

3227853

3

D-5239

Aluminiumbeschichtetes Stahlblech und  
Verfahren zu dessen Herstellung

---

Die Erfindung bezieht sich auf ein aluminiumbeschichtetes Stahlblech mit einer guten Verformbarkeit und einem hohen Korrosionswiderstand sowie auf ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Blechs.

In heißes Aluminium getauchte Stahlblecherzeugnisse, die unter Verwendung eines praktisch 100%igen Aluminiumheißtauchbades hergestellt wurden, haben zufriedenstellende Wetter- und Korrosions-Beständigkeiten. Sie zeigen jedoch ein Problem hinsichtlich ihrer Verformungsfähigkeit, und zwar infolge des Vorhandenseins einer relativ dicken (beispielsweise ungefähr 20 µm dicken) Zwischenschicht aus intermetallischen Verbindungen, die zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminiumbeschichtungslage ausgebildet sind. Dadurch ergibt sich ein Nachteil insofern, als beim Biegen, Preßen, Ziehen oder einer anderen mechanischen Bearbeitung, selbst bei einer geringen Bearbeitungsgeschwindigkeit, diese Zwischenlage oder Schicht oftmals reißt und die Überzugsschicht oder -schichten häufig abblättern. Aus diesem Grunde ist es

3227853

4  
- 2 -

üblich, dem Aluminiumheißtauchbad Silizium hinzuzugeben, wodurch das Wachstum der Zwischenschicht aus intermetallischen Verbindungen auf eine Dicke von ungefähr 2 bis 4  $\mu\text{m}$  beschränkt wird. Das auf diese Weise entstandene Produkt, nämlich Al-Si heißgetauchtes Stahlblech, besitzt eine gute Verformungsfähigkeit und auch ausgezeichnete Wärme und Korrosionsbeständigkeiten und wird für verschiedene Anwendungszwecke in großem Umfange verwendet.

Es verbleiben allerdings bei einem derartigen Al-Si heißgetauchten Stahlblech Probleme insoferne, als dann, wenn die Bearbeitung mit einer hohen Bearbeitungsgeschwindigkeit (Rate) erfolgt, die Al-Si-Überzugsschicht oder -schichten oftmals leicht reißen und Vertiefungen aus rotem Rost relativfrühzeitig auftreten und sich in denjenigen Gebieten des Stahlsubstrats entwickeln, wo der oder die Überzugsschicht(en) gesprungen sind. Dies liegt zum Teil daran, daß die Al-Si-Überzugsschicht eine Gußstruktur von nicht ausreichender Dehnung besitzt, und ferner liegt es zum Teil daran, daß die kontinuierliche Zwischenschicht, im wesentlichen bestehend aus Al-Fe-Si-intermetallischen Verbindungen und mit einer Dicke von ungefähr 2,0 bis 4,0  $\mu\text{m}$ , oftmals zur Zeit der Bearbeitung reißt, was zu einer örtlichen Konzentration der internen Beanspruchung in der Überzugsschicht führt.

#### Zusammenfassung der Erfindung.

Es wurde nunmehr festgestellt, daß ein verbessertes aluminiumbeschichtetes Stahlblech dadurch hergestellt werden kann, daß man die Struktur der Al-Si-Überzugsschicht oder -schichten in eine rekristallisierte Struktur transformiert und die Zwischenschicht aus Al-Fe-Si-intermetallischen Verbindungen in Abschnitte unterteilt. Der Ausdruck "Verformbarkeit" eines mit Aluminium beschichteten Stahlblechs bedeutet hier die Fähigkeit des Blechs, durch mechanische Be-

25.07.88

3227853

5  
- b -

arbeitung, wie beispielsweise Biegen, Preßen oder Ziehen, in Formen verformt zu werden, ohne daß dabei die Überzugsschicht oder -schichten springen oder abblättern.

Die Erfindung sieht ein aluminiumbeschichtetes Stahlblech vor, welches folgendes aufweist:

- (1) ein Stahlsubstrat, welches 0,002 bis 0,02 Gew.-% gelösten N enthält und nicht mehr als  $\sqrt{5/3N} - 1/300$  Gew.-% Gesamt-C, wobei N den Prozentsatz des gelösten N bedeutet, und ferner eine Rekristallisierte Struktur aufweist;
- (2) eine Aluminiumüberzugsschicht auf mindestens einer Oberfläche des Stahlsubstrats, wobei diese im wesentlichen Al und 1 bis 15 Gew.-% Si aufweist und eine rekristallisierte Struktur besitzt; und
- (3) eine diskontinuierliche Zwischenschicht an der Grenzfläche zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminiumüberzugsschicht, und zwar im wesentlichen Al-Fe-Si-intermetallische Verbindungen aufweisend.

Die Erfindung sieht ferner eine Verfahren zur Herstellung eines mit Aluminium überzogenen Stahlblechs vor, welches folgende Schritte aufweist:

- (a) Walzen eines mit Aluminium beschichteten Stahlblechs, welches ein Stahlsubstrat aufweist, das 0,002 bis 0,02 Gew.-% gelösten N und nicht mehr als  $\sqrt{5/3N} - 1/300$  Gew.-% an Total-C enthält, wobei N den Gewichtsprozent des gelösten N repräsentiert; ferner ist eine Aluminiumüberzugsschicht auf mindestens einer Oberfläche des Stahlsubstrats, im wesentlichen Al und 1 bis 15 Gew.-% Si enthaltend, vorgesehen, und ferner ist eine kontinuierliche Zwischenlage an der Grenzschicht (interface) zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminiumüberzugsschicht vorgesehen und weist im wesentlichen Al-Fe-Si-intermetallische Verbindungen auf, wo-

3227853

6  
- 4 -

bei der Walzvorgang mit einer Walzgeschwindigkeit\* erfolgt, die ausreicht, um die kontinuierliche Zwischenschicht in Abschnitte zu unterteilen, und

(b) Anlassen des gewalzten aluminiumbeschichteten Stahlblechs bei einer Temperatur ausreichend für die Rekristallisierung des Stahlsubstrats, aber nicht ausreichend für die gegenseitige Al-Fe-Diffusion zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminiumüberzugsschicht.

\*oder Walzrate

Weitere Vorteile, Ziele und Einzelheiten der Erfindung ergeben sich insbesondere aus den Ansprüchen sowie aus der folgenden Beschreibung anhand der Zeichnung; in der Zeichnung zeigt:

Fig. 1a und 1b

Photographien eines Längsquerchnitts eines mit Aluminium beschichteten Stahlblechs gemäß dem Stand der Technik und eines erfindungsgemäßen Produkts, und zwar jeweils mit 400facher Vergrößerung;

Fig. 2

einen Querschnitt eines gewalzten aluminiumbeschichteten Stahlblechs längs der Walzrichtung, und zwar zur Darstellung der Parameter P und Q, die hier zur Darstellung des Ausmasses der Unterteilung der Zwischenschicht verwendet sind;

Fig. 3

eine graphische Darstellung der Bereiche geeigneter Gesamtkohlenstoff- und der gelösten Stickstoffgehalte in Stahl bei der Durchführung der Erfindung.



25.07.00

3227853

7  
- 5 -

Im folgenden sei die Erfindung im einzelnen beschrieben.

Ein bekanntes aluminium-heißgetauchtes Stahlblech weist - vergl. Fig. 1a - ein Stahlsubstrat 10 mit einer rekristallisierten Struktur auf sowie eine Al-Si-Überzugsschicht 12 einer Gußstruktur, ausgebildet auf mindestens einer Oberfläche des Stahlsubstrats, ferner ist eine kontinuierliche Zwischenschicht 14 zwischen dem Stahlsubstrat und der Al-Si-Überzugsschicht vorgesehen und weist im wesentlichen Al-Fe-Si-intermetallische Verbindungen auf. Im Gegensatz dazu weist - Fig. 1b - ein aluminiumbeschichtetes Stahlblech gemäß der Erfindung ein Stahlsubstrat 10 auf, welches eine rekristallisierte Struktur besitzt, ferner eine Al-Si-Überzugsschicht 12 mit einer rekristallisierten Struktur auf mindestens einer Oberfläche des Stahlsubstrats, und ferner ist eine unterteilte diskontinuierliche Zwischenschicht 14 an der Grenzfläche (interface) zwischen dem Stahlsubstrat und der Al-Si-Überzugsschicht vorgesehen, und zwar im wesentlichen aus Al-Fe-Si-intermetallischen Bindungen bestehend. Wegen der diskontinuierlichen Natur der Zwischenschicht 14 befindet sich das Stahlsubstrat 10 in direktem Kontakt mit der Al-Si-Überzugsschicht 12 an einigen Stellen, während Al-Fe-Si-intermetallische Verbindungen zwischen dem Stahlsubstrat und der Al-Si-Überzugsschicht an anderen Stellen dazwischen liegen.

Es wurde festgestellt, daß das Silizium in der rekristallisierten Al-Si-Überzugsschicht sphäroidisiert wurde, und daß die rekristallisierte Al-Si-Überzugsschicht eine Dehnung ungefähr gleich dem Doppelten einer Überzugslage bei der gleichen Zusammensetzung mit einer Gußstruktur aufweist. Wie die folgenden Beispiele zeigen, weist das erfindungsgemäße Produkt eine überlegene Verformungsfähigkeit gegenüber dem Produkt gemäß dem Stand der Technik auf, da das erfindungsgemäße Produkt selbst bei starker Bearbeitung in seiner

3227853

8  
- 5 -

Überzugsschicht(en) nicht reißt. Es wird angenommen, daß dies zum Teil daran liegt, daß das erfindungsgemäße Produkt eine Überzugsschicht(en) von guter Dehnung, wie oben erwähnt, besitzt, und ferner wird angenommen, daß dies teilweise auf das Vorhandensein der in geeigneter Weise unterteilten diskontinuierlichen Zwischenschicht zurückzuführen ist, durch welche die Beanspruchung bei der Bearbeitung des Produktes verteilt wird, was zu einer Reduktion bei der lokalisierten Konzentration der internen Beanspruchung führt. Was den Korrosionswiderstand der bearbeiteten Flächen des erfindungsgemäßen Produktes anlangt, so ist dieser gegenüber dem Produkt gemäß dem Stand der Technik außerordentlich überlegen, da die Überzugsschicht oder -schichten des erfindungsgemäßen Produktes in den bearbeiteten Gebieten nicht reißen. Zudem wurde festgestellt, wie dies auch durch die im folgenden erläuterten Beispiele dargetan wird, daß der Korrosionswiderstand flacher Gebiete (nicht bearbeiteter Gebiete) des Produktes gemäß der Erfindung überlegen gegenüber dem Wert beim Stand der Technik ist. Es wird angenommen, daß dies darauf zurückzuführen ist, daß die ursprünglich in der Überzugsschicht oder den Überzugsschichten einer Gußstruktur vorhandenen Nadellöcher beim Walzschnitt verschwinden, so daß die Bildung der roten Rostvertiefungen gesteuert wird.

Vorzugsweise weist die unterteilte diskontinuierliche Zwischenschicht bei Betrachtung in einem Längsquerschnitt (d. h. einem Querschnitt entlang der Walzrichtung) aufeinanderfolgende diskrete Inseln auf, die im wesentlichen Al-Fe-Si-intermetallische Verbindungen aufweisen, wobei die individuellen Inseln eine durchschnittliche Größe von nicht mehr als 10 µm besitzen, wobei ferner die Summe der Spalte zwischen benachbarten Inseln 10 bis 50% der Gesamtlänge beträgt.

2007-02

3227853

9

- 7 -

Fig. 2 ist eine Querschnittsansicht eines gewalzten, mit Aluminium überzogenen Stahlblechs aus der Walzrichtung. Wenn ein Aluminium-heißgetauchtes Stahlblech mit einer kontinuierlichen Zwischenschicht unter in geeigneter Weise ausgewählten Bedingungen gewalzt wird, so wird die Zwischenschicht 14 in Abschnitte 14' unterteilt. Die derart unterteilte Zwischenschicht weist - wie in Fig. 2 gezeigt - aufeinanderfolgende diskrete Inseln 14' auf, und zwar bei Betrachtung eines Längsquerschnitts. Wenn die Größen der aufeinanderfolgenden n Inseln  $p_1, p_2, \dots, p_n$  sind, die Spalte zwischen benachbarten Inseln mit  $q_1, q_2, \dots, q_n$  bezeichnet werden und L die Gesamtlänge der n Inseln ist, so kann die Durchschnichtsgröße P der Inseln wie folgt ausgedrückt werden:

$$p = \frac{p_1 + p_2 + \dots + p_n}{n} \quad (\mu\text{m}),$$

wobei ferner der Prozentsatz Q der Summe der Spalte zwischen benachbarten Inseln, basierend auf der Gesamtlänge, wie folgt ausgedrückt werden kann:

$$Q = \frac{q_1 + q_2 + \dots + q_n}{L} \times 100 \quad (\%)$$

Ein bevorzugtes Ausmaß der Unterteilung der Zwischenschicht 14 ist derart vorgesehen, daß P nicht größer als 10  $\mu\text{m}$  ist, wobei Q 10 bis 50% ist. Aus Gründen dieser Beobachtung sollte n mindestens 20 betragen. Wenn P wesentlich größer als 10  $\mu\text{m}$  ist und Q wesentlich kleiner als 10% ist, d.h. wenn die individuellen aufeinanderfolgenden Inseln relativ groß mit relativ kleinen Spalten zwischen benachbarten Inseln sind, so kann die Überzugsschicht bei starker Bearbeitung des Produktes reißen, und zwar wahrscheinlich infolge örtlicher Konzentration der internen Beanspruchung in denjeni-

3227853

10

- 8 -

gen Gebieten der Überzugsschicht, die den schmalen Spalten der unterteilten Zwischenschicht entsprechen. Wenn das Walzen zu einem Q wesentlich oberhalb 50% führt, so kann das gewalzte Blech in seinem Überzug Mikrorisse aufweisen, die im darauffolgenden Anlaßschritt nicht erscheinen, was zu einer Verminderung des Korrosionswiderstandes des Endprodukts führt. Es wurde festgestellt, daß in vielen Fällen das bevorzugte Ausmaß der Unterteilung der Zwischenschicht durch Walzen mit einer Walzrate von 30 bis 70% erreicht werden kann.

Das aluminiumbeschichtete Stahlblech gemäß der Erfindung kann in geeigneter Weise dadurch hergestellt werden, daß man ein mit Aluminium beschichtetes oder überzogenes Stahlblech walzt, welches ein Stahlsubstrat, eine Al-Si-Überzugsschicht auf mindestens einer Oberfläche des Stahlsubstrats und eine kontinuierliche Zwischenschicht aus Al-Fe-Si-intermetallischen Verbindungen zwischen dem Stahlsubstrat und der Al-Si-Überzugsschicht aufweist, und wobei das derart gewalzte Blech angelassen wird. Das mit Aluminium überzogene Ausgangsstahlblech wird in zweckmäßiger Weise durch ein Heißtauchverfahren hergestellt. Es sollte jedoch auf folgendes hingewiesen werden: Wenn ein Al-Si-heißgetauchtes Stahlblech, welches aus einem typischen, einen niedrigen Kohlenstoffgehalt aufweisenden beruhigten Stahlstreifen hergestellt ist und beispielsweise 0,07 Gew.-% C, 0,21 Gew.-% Mn, eine Spur Si, 0,007 Gew.-% P, 0,013 Gew.-% S und 0,0024 Gew.-% N enthält, wobei der Rest Eisen und Verunreinigungen sind, wenn also ein solches Stahlblech mit einer Walzrate von 50% gewalzt und sodann bei einer Temperatur von 480° angelassen wird, so wird das Stahlsubstrat nicht rekristallisiert; vielmehr werden im Verlauf des Anlassens Al-Fe binäre intermetallische Verbindungen, wie beispielsweise  $\text{Al}_3\text{Fe}$  und  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  gebildet und wachsen infolge der gegenseitigen Al-Fe-Diffusion an der Grenz-

28.07.08

3227853

11  
- 8 -

schicht zwischen dem Stahlsubstrat und den Al-Si-Überzugsschichten, wodurch die Oberflächen des Produkts stark entfärbt dunkelgrau werden. Wenn ein derartiges Produkt mechanisch bearbeitet wird, so schälen sich seine Überzugsschichten leicht ab, da die oben erwähnten binären intermetallischen Verbindungen sehr hart und spröde sind. Andererseits ist es notwendig, das gewalzte Blech bei einer Temperatur von ungefähr 500°C anzulassen, um das gewalzte Stahlsubstrat zu rekristallisieren. Andererseits liegt eine derartige Rekristallisations-Starttemperatur von ungefähr 500°C gut innerhalb des Bereichs von Temperaturen, bei denen die binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen gebildet werden. Es ist daher nicht möglich, zufriedenstellende Produkte zu erhalten, wenn man von einem Stahl der oben dargestellten Zusammensetzung ausgeht und die folgende Kombination von Schritten verwendet: Al-Si-Heißtauchen, Walzen und Anlassen.

Es wurde festgestellt, daß dann, wenn der Gesamt-C- und der gelöste N-Gehalt des Stahlsubstrats in geeigneter Weise vorgesehen sind, ein bestimmter Temperaturbereich vorhanden ist, in dem das gewalzte Stahlsubstrat rekristallisiert werden kann, ohne daß die Bildung der binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen infolge einer gegenseitigen Al-Fe-Diffusion auftritt.

Es wurde erkannt, daß der gelöste N-Gehalt des Stahlsubstrats mindestens 0,002 Gew.-% sein sollte, um die unerwünschte Bildung der binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen bei Temperaturen zu vermeiden, die für die Rekristallisation des gewalzten Stahlsubstrats ausreichen. Umso höher der gelöste N-Gehalt liegt, umso effektiver kann die Bildung der binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen gesteuert werden. Ein Überschuß an gelöstem N macht jedoch das Stahlblech zu hart, und daher sollte der gelöste N-Gehalt des Stahls nicht mehr als 0,02 Gew.-% betragen. Obwohl der Me-

3227853

12  
- 10 -

chanismus, durch den das gelöste N im Stahl die Bildung der intermetallischen Al-Fe-Verbindungen steuert, nicht vollständig verstanden wird, so wird doch angenommen, daß N in das Fe zwischengittermäßig eintritt, wodurch die Aktivierungsenergie für das Al zur Diffusion in das Fe erhöht wird, was die Bildung der Al-Fe-intermetallischen Verbindungen verhindert.

Es wurde ebenfalls festgestellt, daß mit dem gleichen gelösten N-Gehalt folgendes gilt: je niedriger der Gesamt-C-Gehalt, umso höher liegt die Temperatur für die Bildung der binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen im allgemeinen. Obwohl der genaue Mechanismus für diesen Vorgang nicht vollkommen verstanden wird, so wird doch angenommen, daß seine Löslichkeit übersteigendes C im Stahl in der Form von  $F_3C$  existiert, was N mit einer bestimmten Löslichkeit versieht und auf diese Weise zur Absenkung des effektiven gelösten N-Gehalts dient.

Das mit Aluminium beschichtete Ausgangsstahlblech, geeignet für die Herstellung der erfindungsgemäßen Produkte, enthält somit in seinem Stahlsubstrat 0,002 bis 0,02 Gew.-% gelöstes N und, abhängig von dem gelösten N-Gehalt, nicht mehr als  $\sqrt{5/3N} - 1/300$  Gew.-% des Gesamt-C, wobei N den Gewichtsprozentsatz des gelösten N bedeutet.

Fig. 3 zeigt die Bereiche geeigneten Gesamt-C-und gelösten N-Gehalts im Stahl sowohl für die Produkte gemäß der Erfindung als für die mit Aluminium überzogenen Ausgangsstahlbleche, die für die Herstellung der erfindungsgemäßen Produkte geeignet sind. Vorausgesetzt, daß der Gesamt-C- und der gelöste N-Gehalt im Stahl des mit Aluminium überzogenen Ausgangsstahlblechs innerhalb des gestrichelten Bereichs gemäß Fig. 3 zu liegen kommen, so gibt es einen bestimmten Temperaturbereich, in dem das gewalzte Stahlblech ohne Bildung der

3227853

25.07.00

13

- 21 -

binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen kristallisiert werden kann. Vorteilhafterweise wird der gesamte C- und der gelöste N-Gehalt im Stahl derart ausgewählt, daß dieser Temperaturbereich breit ist.

Zusätzlich zu dem C und dem N kann der Stahl bis zu 0,03 Gew.-% Si, bis zu 0,4 Gew.-% Mn, bis zu 0,02 Gew.-% P, bis zu 0,02 Gew.-% S und bis zu 0,01 Gew.-% säurelösliches Al enthalten. Es wurde bestätigt, daß dann, wenn Si, Mn, P, S und säurelösliches Al innerhalb der vorgeschriebenen Bereiche liegen, das Rekristallisationsverhalten des Stahls und der Effekt von N und C bei der Steuerung der Bildung der binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen im wesentlichen ungeändert bleiben.

Es wurde festgestellt, daß der Si-Gehalt in der Aluminium-Überzugsschicht in signifikanter Weise die Walzergebnisse beeinflusst. Ein Al-Überzogenes Stahlblech jedoch, welches durch Heißtauchen in einem Aluminium-Heißtauchbad hergestellt ist, welches Si in einer Menge von wesentlich weniger als 1 Gew.-% enthält, und somit Al-Si-Überzugsschichten aufweist, deren Si-Gehalt wesentlich kleiner als 1 Gew.-% ist, hatte eine dicke kontinuierliche Zwischenschicht von ungefähr 15 bis 20 µm Dicke, und beim Walzen wird unabhängig von der Walzrate die dicke Zwischenschicht nicht in geeigneter Weise in Abschnitte unterteilt, sondern springt nur und läßt ein einfaches Abschälen der Überzugsschichten zu. Ein mit Aluminium überzogenes Stahlblech jedoch, welches durch Heißtauchen in einem Aluminium-Heißtauchbad hergestellt wurde, das Si wesentlich oberhalb 15% enthält, und wobei das Stahlblech somit Al-Si-Überzugsschichten besitzt, deren Siliziumgehalt wesentlich oberhalb 15% liegt, ein solches mit Aluminium überzogenes Stahlblech enthält harte und spröde Plättchen aus Si in den Überzugsschichten, und selbst beim Walzen mit einer relativ niedrigen Walzrate springen die Überzugs-

3227853

.....

14  
- 12 -

schichten stark und blättern örtlich ab. Aus diesen Gründen muß der Siliziumgehalt in der Überzugsschicht innerhalb des Bereichs von 1,0 bis 15 Gew.-% gesteuert werden.

Beim ersten Schritt gemäß des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das mit Aluminium überzogene Ausgangs- oder Start-Stahlblech derart gewalzt, daß die im folgenden genannte kontinuierliche Zwischenschicht in zwei Abschnitte unterteilt wird, wobei das erwähnte, mit Aluminium überzogene Ausgangs-stahlblech folgendes umfaßt: ein Stahlsubstrat, welches 0,002 bis 0,02 Gew.-% gelösten N und nicht mehr als  $5/3N$  -  $1/300$  Gew.-% Gesamt-C enthält, wobei N der Gewichtsprozent-satz des gelösten N ist; eine Aluminiumüberzugsschicht auf mindestens einer Oberfläche des Stahlsubstrats, und zwar im wesentlichen Al und 1 bis 15 Gew.-% Si aufweisend, und ferner eine kontinuierliche Zwischenschicht zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminiumüberzugsschicht und im wesentlichen Al-Fe-Si-Zwischenverbindungen aufweisend. Vorzugsweise wird der Walzschrift mit einer Walzrate ausgeführt, die ausreicht, um die kontinuierliche Zwischenschicht in aufeinanderfolgende diskrete Inseln zu unterteilen, und zwar bei Beobachtung eines Querschnitts längs der Walzrichtung, wobei die individuellen Inseln eine durchschnittliche Größe (P) von nicht mehr als 10 µm aufweisen, wobei der Prozentsatz (Q) der Summe der Spalte zwischen benachbarten Inseln, basierend auf der Gesamtlänge, 10 bis 50% ist. Es wurde festgestellt, daß in vielen Fällen das bevorzugte Ausmaß der Unterteilung der Zwischenschicht durch Walzen mit einer Walzrate von 30 bis 70% erreicht werden kann. Wenn der Walzvorgang zu milde ist, so wird die Zwischenschicht nicht in geeigneter Weise in Abschnitte unterteilt. Bei einer übermäßig starken Walzrate werden zahlreiche Mikrosprünge oder Risse in der Überzugsschicht oder den -schichten gebildet und verschwinden nicht einmal bei dem darauffolgenden Anlassen.



3227853

25.07.00

15

- 13 -

Beim zweiten Schritt des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das durch den ersten Schritt erhaltene gewalzte Blech mit einer Temperatur angelassen, die ausreichend ist für die Rekristallisierung des Stahlsubstrats, aber nicht ausreichend für die gegenseitige Al-Fe-Diffusion zwischen dem Stahlsubstrat und der Aluminium-Überzugslage. Wie oben beschrieben kann, vorausgesetzt, daß der gelöste N- und der gesamte C-Gehalt im Stahl geeignet gewählt sind, die Rekristallisations-Starttemperatur des gewalzten Stahlsubstrats niedriger liegen als die Temperatur, bei der die Al-Fe-Binär-Intermetallverbindungen durch gegenseitige Diffusion gebildet werden, und somit gibt es einen bestimmten Temperaturbereich, in dem das Stahlsubstrat ohne durch die gegenseitige Al-Fe-Diffusion zu leiden, rekristallisiert werden kann. Der Anlaßschritt wird bei einer Temperatur innerhalb eines solchen Bereichs ausgeführt. Durch das Anlassen können Stahlsubstrat und Überzugsschicht oder -schichten rekristallisiert werden. Selbst in einem Fall, wo die Temperatur für die Bildung der binären intermetallischen Verbindungen weit oberhalb 600°C liegt, sollte der Anlaßschritt vorzugsweise bei einer Temperatur von nicht mehr als 600°C ausgeführt werden. Wenn die Anlassung bei einer Temperatur wesentlich oberhalb 600°C erfolgt, so schmelzen häufig die Überzugsschicht(en) bzw. -lage(n).

Die Dicke (mm) des mit Aluminium überzogenen Ausgangsstahlblechs und der Überzugsaufbau oder die Überzugsstärke ( $\text{g/m}^2$ ) sind nicht in striktem Sinne kritisch. In der Tat gehen vorteilhafte Eigenschaften des erfindungsgemäßen Produktes nicht beim Wiederholen der Walz- und Anlaßschritte bis zur Erreichen der gewünschten Enddicke verloren. Der Überzugsaufbau des mit Aluminium überzogenen Ausgangsstahlblechs kann abhängig von dem gewünschten Überzugsaufbau beim Endprodukt bestimmt werden.

3227853

.....

16

- 14 -

Wie oben beschrieben und durch die folgenden Beispiele dargestellt, besitzt das mit Aluminium überzogene Stahlblech gemäß der Erfindung ausgezeichnete Formbarkeit und einen ausgezeichneten Korrosionswiderstand beim Vergleich mit bislang verfügbaren Produkten. Zudem hat das erfindungsgemäße Produkt den zusätzlichen Vorteil, daß infolge des Walzschrilles eine bessere Präzision der Dicke als bei bekannten Produkten vorliegt.

Die Erfindung wird im folgenden weiter anhand von Beispielen beschrieben.

#### Beispiel 1

Beruhigte Stahlstreifenproben mit einer Dicke von 0,8 mm mit unterschiedlichen Gesamt-C- und gelösten N-Gehalten gemäß Tabelle 1 wurden in ein heißes Aluminiumtauchbad eingetaucht, welches 10 Gew.-% Si enthielt, um so mit Aluminium überzogene Stahlbleche herzustellen. Jedes Blech wurde mit der angegebenen Walzrate innerhalb des Bereichs zwischen 10% und 80% gewalzt und für eine Zeitperiode von 10 Stunden bei der angegebenen Temperatur innerhalb des Bereichs zwischen 480°C bis 570°C angelassen. Jede so erhaltene Probe wurde auf das Vorhandensein von Al-Fe-Binär-Intermetallverbindungen untersucht und ferner im Hinblick auf das Auftreten der Rekristallisation im Stahlsubstrat.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben, wobei folgende Bezeichnungen verwendet werden:

- A gibt an, daß das Stahlsubstrat ohne die Bildung irgendwelcher Al-Fe-Binär-Intermetallverbindungen rekristallisiert wurde,
- B gibt an, daß das Stahlsubstrat rekristallisiert wurde, und daß die Oberflächen der Probe dunkelgrau infolge der Bildung der Al-Fe-Binär-Intermetallverbindungen wurde,

3227853

28.07.82

<sup>17</sup>  
- 15 -

C bedeutet, daß, obwohl binäre Intermetallverbindungen nicht gebildet wurden, das Stahlsubstrat nicht rekristallisiert wurde, und

D gibt an, daß binäre Intermetallverbindungen ohne jedwede Rekristallisation des Stahlsubstrats gebildet wurden.

3227853

18  
- 16 -

.....

Tabelle 1

Rekristallisation von Stahl und die Bildungstemperatur  
der Al-Fe-Intermetallverbindungen.

No.	Gehalt im Stahl in Gew.-%		Walz- rate (%)	Anlaßtemperatur (10 Std.)			
	Gesamt-C	gelöstes N		480°C	500°C	530°C	570°C
1	0.005	0.0024	10	C	C	D	B
2			20	C	C	B	B
3			40	C	A	B	B
4			60	C	A	B	B
5			80	C	A	B	B
6	0.004	0.0053	10	C	C	C	A
7			20	C	C	A	A
8			40	C	A	A	A
9			60	C	A	A	A
10			80	C	A	A	A
11	0.004	0.0105	10	C	C	C	A
12			20	C	A	A	A
13			40	C	A	A	A
14			60	C	A	A	A
15			80	C	A	A	A
16	0.005	0.0161	10	C	C	A	A
17			20	C	A	A	A
18			40	C	A	A	A
19			60	C	A	A	A
20			80	C	A	A	A
21	0.022	0.0021	10	D	D	B	B
22			20	D	B	B	B
23			40	D	B	B	B
24			60	D	B	B	B
25			80	D	B	B	B

3227853

- 19 -

25.07.82

- Fortsetzung -

No.	Gehalt im Stahl in Gew.-%		Walzrate (%)	Anlaßtemperatur (10 Std.)			
				480°C	500°C	530°C	570°C
26	0.019	0.0061	10	C	C	A	A
27			20	C	A	A	A
28			40	C	A	A	A
29			60	C	A	A	A
30			80	C	A	A	A
31	0.020	0.0090	10	C	C	A	A
32			20	C	A	A	A
33			40	C	A	A	A
34			60	C	A	A	A
35			80	C	A	A	A
36	0.021	0.0148	10	C	A	A	A
37			20	C	A	A	A
38			40	C	A	A	A
39			60	C	A	A	A
40			80	C	A	A	A
41	0.048	0.0031	10	D	B	B	B
42			20	D	B	B	B
43			40	D	B	B	B
44			60	D	B	B	B
45			80	D	B	B	B
46	0.044	0.0059	10	C	A	A	B
47			20	C	A	A	B
48			40	C	A	A	B
49			60	C	A	A	B
50			80	C	A	A	B
51	0.042	0.0110	10	C	A	A	A
52			20	C	A	A	A
53			40	C	A	A	A
54			60	C	A	A	A
55			80	C	A	A	A

3227853

- 18 -

- Fortsetzung -

No.	Gehalt im Stahl in Gew.-%		Walzrate (%)	Anlaßtemperatur (10 Std.)			
	Gesamt C	gelöstes N		480°C	500°C	530°C	570°C
56	0.041	0.0187	10	C	A	A	A
57			20	C	A	A	A
58			40	C	A	A	A
59			60	C	A	A	A
60			80	C	A	A	A
61	0.072	0.0025	10	D	B	B	B
62			20	D	B	B	B
63			40	D	B	B	B
64			60	D	B	B	B
65			80	D	B	B	B
66	0.078	0.0051	10	C	A	B	B
67			20	C	A	B	B
68			40	C	A	B	B
69			60	C	A	B	B
70			80	C	A	B	B
71	0.073	0.0112	10	C	A	A	B
72			20	C	A	A	B
73			40	C	A	A	B
74			60	C	A	A	B
75			80	C	A	A	B
76	0.069	0.0165	10	C	A	A	A
77			20	C	A	A	A
78			40	C	A	A	A
79			60	C	A	A	A
80			80	C	A	A	A
81	0.148	0.0032	10	D	B	B	B
82			20	D	B	B	B
83			40	D	B	B	B
84			60	D	B	B	B
85			80	D	B	B	B

3227853

21  
- 19 -

26.07.02

- Fortsetzung -

No.	Gehalt im Stahl in Gew.-%		Walzrate (%)	Anlaßtemperatur (10 Std.)			
	Gesamt-C	gelöstes N		480°C	500°C	530°C	570°C
86	0.152	0.0052	10	C	B	B	B
87			20	C	B	B	B
88			40	C	B	B	B
89			60	C	B	B	B
90			80	C	B	B	B
91	0.160	0.0104	10	C	B	B	B
92			20	C	B	B	B
93			40	C	B	B	B
94			60	C	B	B	B
95			80	C	B	B	B
96	0.157	0.0181	10	C	A	A	B
97			20	C	A	A	B
98			40	C	A	A	B
99			60	C	A	A	B
100			80	C	A	A	B

Aus den Ergebnissen gemäß Tabelle 1 ergibt sich, daß die Rekristallisation des Stahlsubstrates von der Anlaßtemperatur und der Walzrate abhängt und - wie in Tabelle 1 mit A und B bezeichnet - im allgemeinen bei einer Temperatur von mindestens 500°C mit einigen Ausnahmen relativ niedriger Walzraten (No. 1,2,6,7,11,16,21,26 und 30) auftritt. Die Rekristallisations-Starttemperatur des Aluminiumüberzugs ist im allgemeinen ungefähr 350°C bis 400°C.

Die Tabelle 1 zeigt ferner, daß die Bildung der binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen von der Al-Fe gegenseitigen Diffusion an der Grenzfläche zwischen dem Stahlsubstrat und der Al-Si-Überzugsschicht abhängen von dem gelösten N- und dem gesamten C-Gehalt im Stahl, wie auch von der Anlaß-

3227853

22

- 20 -

temperatur; ferner gilt das dann, wenn der gelöste N-Gehalt im Stahl hinreichend hoch liegt, das Stahlsubstrat ohne die Bildung der binären Al-Fe-intermetallischen Verbindungen rekristallisiert werden kann, und daß ein niedriger Gesamt C-Gehalt im Stahl die Bildungstemperatur der Al-Fe-Binärverbindungen hoch macht.

### Beispiel 2

Beruhigte Stahlstreifenproben mit einer Dicke von 1,2 mm, die 0,045 Gew.-% Gesamt-C und 0,0115 Gew.-% gelösten N enthielten, wurden hergestellt. Jede Probe wurde in ein heißes Aluminium-Tauchbad eingetaucht, welches eine unterschiedliche Menge an Si enthielt, und zwar im Bereich zwischen 0,4 bis 16,3 Gew.-%, um so ein Aluminium-Silizium-heißgetauchtes Stahlblech herzustellen. Jedes Blech wurde mit der angegebenen Walzrate innerhalb des Bereichs zwischen 10% und 80% gewalzt und auf den Zustand seines Überzugs und der Zwischenschichten untersucht.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2

Si-Gehalt im Überzug und Zustand des Überzugs und der Zwischenschichten nach dem Walzen

No.	Si-Gehalt im Überzug (Gew.-%)	Walzrate (%)	Zustand des Überzugs u. der Zwischenschichten nach dem Walzen
1	0,4	10	Zwischenschicht springt und Überzugsschichten schälen sich ab
2		20	dito
3		40	dito
4		60	dito
5		80	dito



3227853

28.07.83

13  
- 27 -

No.	Si-Gehalt im Überzug (Gew.-%)	Walzrate (%)	Zustand ds. Überzugs u. der Zwischenschichten nach dem Walzen
6	1.9	10	Zwischenschicht ist nicht in Abschnitte unterteilt
7		20	dito
8		40	gut
9		60	gut
10		80	viele Mikrorisse in Überzugsschichten
11	8.3	10	Zwischenschicht ist nicht in Abschnitte unterteilt
12		20	dito
13		40	gut
14		60	gut
15		80	viele Mikrorisse in Überzugsschichten
16	14.2	10	Zwischenschicht ist nicht in Abschnitte unterteilt
17		20	dito
18		40	gut
19		60	gut
20		80	viele Mikrorisse in Überzugsschichten
21	16.3	10	Überzugsschichten reißen oder springen stark und schälen sich örtlich ab
22		20	dito
23		40	dito
24		60	dito
25		80	dito

3227853

.....

24  
- 22 -

Wenn, wie in Tabelle 2 angegeben, das mit Aluminium überzogene Stahlblech mit Al-Si-Überzugsschichten, deren Si-Gehalt 0,4 Gew.-% beträgt, durch Heißtauchen in einem heißen Aluminiumtauchbad, welches 0,4 Gew.-% Si enthält, hergestellt und gewalzt wird, so springt oder reißt die Zwischenschicht ohne in geeigneter Weise in Abschnitte unterteilt zu sein, wodurch das leichte Abschälen der Überzugsschichten hervorgerufen wird, und zwar unabhängig von der Walzrate (No.1 bis 5). Die Dicke der Zwischenschicht vor dem Walzen betrug ungefähr 17 bis 18  $\mu\text{m}$ .

Wenn das aluminiumüberzogene Stahlblech, hergestellt durch Heißtauchen in einem heißen Aluminiumtauchbad, welches 16,3 Gew.-% Si enthält, hergestellt wird und somit Al-Si-Überzugsschichten besitzt, deren Si-Gehalt 16,3% beträgt, wenn dieses Blech gewalzt wird, so springen oder reißen die Überzugsschichten stark und schälen sich örtlich ab (No.21 bis 25). Das heigetauchte Al-Si-Stahlblech enthielt harte und spröde Plättchen aus Si in seinen Überzugsschichten.

Die Tabelle 2 zeigt ferner, daß in den Fällen, wo der Si-Gehalt der Überzugsschichten 1,9%, 8,3% oder 14,2% ist, gute Ergebnisse mit einer mäßigen Walzrate von 40% oder 60% erhältlich sind, während eine niedrige Walzrate, wie beispielsweise 10% oder 20%, nicht in geeigneter Weise die Zwischenschicht in Abschnitte unterteilt, und wobei ferner eine übermäßig hohe Walzrate, wie beispielsweise 80%, die Bildung vieler Mikrorisse in den Überzugsschichten (No. 6 bis 20) zur Folge hat.

### Beispiel 3

Aluminium-Silizium-heißgetauchte Stahlbleche mit unterschiedlicher Überzugsstärke oder Überzugaufbau innerhalb des Bereichs zwischen 45 und 200  $\text{g/m}^2$  wurden durch Eintauchen von

3227853

25.07.82

25  
- 25 -

beruhigten Stahlstreifen hergestellt, die unterschiedliche Dicken innerhalb des Bereichs zwischen 0,45 und 2,0 mm besaßen und 0,043 Gew.-% Gesamt-C und 0,0085 Gew.-% gelöstes N enthielten, und zwar geschah das Eintauchen in einem heißen Aluminiumtauchbad, das 10 Gew.-% Si enthielt. Jedes Al-Si-heißgetauchte Stahlblech wurde mit der angegebenen Walzrate innerhalb des Bereichs zwischen 10% und 80% gewalzt und bei einer Temperatur von 530°C für eine Zeitperiode von 10 Std. angelassen. Die Dicke des beruhigten Ausgangsstahlstreifens und der Überzugsaufbau des Al-Si-heißgetauchten Stahlblechs wurden innerhalb der oben angegebenen Bereiche ausgewählt, so daß das gewalzte Blech eine Dicke von 0,4 mm und einen Überzugsaufbau von 40 g/m<sup>2</sup> pro eine Seite aufwies. Auf diese Weise wurden acht Proben (No. 1 bis 8) hergestellt.

Jede Probe wurde auf das Ausmaß der Unterteilung der Zwischenschicht untersucht, und zwar durch Beobachtung des strukturellen Schnitts längs der Walzrichtung, und die Werte P und Q gemäß obiger Definition wurden bestimmt.

Jede Probe wurde einer engen Biegung unterworfen, wie sie in JIS Z 2248 (1975) ist, d.h. der stärksten Biegung mit einem Innenseitendurchmesser von Null bis zu einem Biegewinkel von 180°. Die Außenoberfläche der Biegezone der Probe wurde auf das Auftreten von Rissen in der Überzugsschicht hin untersucht.

Sodann wurde die eng gebogene Probe einem Salzsprühtest gemäß JIS Z 2371 (1976) unterworfen, und die vergangene Zeit vor dem Auftreten roter Rostgrübchen wurde sowohl für die Biegeabschnitte als auch die flachen Gebiete der Probe bestimmt.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 angegeben, die auch die Ergebnisse einiger Versuche zeigt, die an einer Kontroll-

3227853

. . . . .

26

- 24 -

probe (No.9) ausgeführt werden, nämlich einem im Handel verfügbaren Al-Si-heißgetauchten Stahlblech mit einer Dicke von 0,4 mm und einem Überzugsaufbau von  $40 \text{ g/m}^2$  pro einer Seite.

3227853

- 25 - 27

Tabelle 3

## Formbarkeit und Korrosionswiderstand

No.	Walzrate in (%)	Überzugsaufbau pro eine Seite (g/m <sup>2</sup> )	Ausmaß der Unter- lung der Zwischen- schicht		Auftreten von Sprüngen oder Rissen im Überzug bei enger Biegung	Sprühtest (Tage vor dem Auftreten von roten Rostgrübchen)	
			Q	P		flache Zone	Biegezone
1	10	40	3.5 (%)	12.5 (µm)	starke Risse	59	5
2	20	40	7.6	10.2	Mikrorisse	61	12
3	30	40	14.2	9.0	keine Risse	60	56
4	40	40	19.8	8.2	keine Risse	61	54
5	50	40	28.3	7.5	keine Risse	59	55
6	60	40	37.0	7.0	keine Risse	63	58
7	70	40	46.2	6.7	keine Risse	58	52
8	80	40	54.8	6.5	Mikrorisse	6	6
9	0	40	0	-	starke Risse	30	5

3227853

3227853

28  
- 26 -Beispiel 4

## (1) Stahlstreifen

Unter Verwendung eines geschmolzenen Stahls aus einem Konverter, im wesentlichen bestehend aus 0,063 Gew.-% & Gesamt-C, eine Spur Si, 0,30 Gew.-% Mn, 0,018 Gew.-% P, 0,011 Gew.-% S und 0,0018 Gew.-% gelösten N, mit dem Rest Fe, wurden Barren hergestellt mit unterschiedlichem gelösten N-Gehalt, und zwar unter Zugabe verschiedener geeigneter Mengen MnN zur Schmelze zum Zeitpunkt des Schmelzens der Barren. Die Barren wurden sodann vorgewalzt, entflammt, heißgewalzt, gebeizt und kaltgewalzt, und zwar alles in üblicher Art und Weise, und sodann werden die Barren angelassen und dekarbonisiert, und zwar in einer naßen Wasserstoffatmosphäre auf die verschiedenen Größenordnungen, wodurch die Stahlstreifen No. 1 bis 8 gemäß Tabelle 4 mit den angegebenen unterschiedlichen Gesamt-C- und gelösten N-Gehalten und einer Dicke von 0,8 mm hergestellt wurden.

Tabelle 4  
Heißzutauchende Stahlstreifen

No.	in dem Stahl waren in Gew.-% enthalten		Bemerkungen
	Gesamt-C	gelöstes N	
1	0.005	0.0018	Kontrolle
2	0.006	0.0063	geeignet für die Durchführung der Erfindung
3	0.018	0.0084	
4	0.045	0.0023	bislang verwendet
5	0.041	0.0107	geeignet für die Durchführung der Erfindung
6	0.058	0.0036	bislang verwendet
7	0.061	0.0071	geeignet für die Durchführung der Erfindung
8	0.054	0.0105	

3227853

28.07.82

29

- 27 -

### (2) Aluminium-heigetauchte Stahlbleche

Jeder der Stahlstreifen gem Tabelle 4 mit einer Dicke von 0,7 mm wurde entgast und in blicher Weise gebeizt und sodann 5 Sekunden lang in ein Al-9,5% Si Heitauchbad eingetaucht, welches auf einer Temperatur von 670°C gehalten wurde, um so ein Aluminium-heigetauchtes Stahlblech mit einem berzugsaufbau von 80 g/m<sup>2</sup> pro eine Seite herzustellen.

Jedes Blech wurde mit einer Walzrate von 50% gewalzt und sodann 10 Stunden lang bei 530°C angelassen, um ein Produkt mit einer Dicke von 0,4 mm und einem berzugsaufbau von 40 g/m<sup>2</sup> pro eine Seite herzustellen.

### (3) Dichtbiegetest

Eine von jedem Produkt genommene Probe wurde dem Dichtbiegetest gem JIS Z 2248 (1975) ausgesetzt, und die Auenoberflche der Biegezone wurde auf das Auftreten von Rissen oder Sprngen in der berzugsschicht untersucht. Das Ergebnis wurde durch die Anleitung zur Formbarkeitsbeurteilung gem Tabelle 5, wie in Tabelle 6 gezeigt, eingeschtzt.

Tabelle 5

Anleitung zur Formbarkeitsbeurteilung

Beurteilung	Zustand
a	berzugsschicht springt nicht
b	berzugsschicht springt leicht
c	berzugsschicht springt stark

3227853

. . . . .

30  
- 28 -

#### (4) Salzsprühtest

Jede eng gebogene Probe wurde auf Korrosionswiderstand untersucht, und zwar durch das Verfahren des Salzsprühtests gemäß JIS Z 2371 (1976), und die vor dem Auftreten von roten Rostvertiefungen vergangene Zeit wurde sowohl für die flachen als auch die eng gebogenen Zonen der Probe bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 6 angegeben.

Tabelle 6 zeigt ferner die Ergebnisse der gleichen Tests, ausgeführt bei einer Probe (No. 9) aus einem im Handel verfügbaren Al-Si-heigetauchten Stahlblech mit einer Dicke von 0,4 mm und einem Überzugsaufbau von  $40 \text{ g/m}^2$  pro einer Seite, wobei der Stahl im wesentlichen folgendes aufwies: 0,045 Gew.-% Gesamt-C, eine Spur Si, 0,30 Gew.-% Mn, 0,018 Gew.-% P, 0,011 Gew.-% S und 0,002 Gew.-% gelöstes N, wobei der Rest Fe war.



3227853

- 29 - 31

28.07.08

Tabelle 6

## Formfähigkeit und Korrosionswiderstand Al-Si-heißgetauchter Stahlbleche

Probe No.	Eng- biege- test	Salzsprühtest (Tage vor dem Auftreten von ro- stem Rostgrübchen)		Bemerkungen
		flache Zone	Biegezone	
1	c	2	2	Kontrollwert (Mangel an N im Stahl) Oberflächen entfärbt dunkelgrau
2	a	63	59	gemäß der Erfindung
3	a	60	57	gemäß der Erfindung
4	c	3	2	bislang verwendeter Stahl. Oberflächen ent- färbt dunkelgrau
5	a	68	60	gemäß der Erfindung
6	c	2	2	bislang verwendeter Stahl. Oberflächen ent- färbt dunkelgrau
7	a	59	55	gemäß der Erfindung
8	a	63	58	gemäß der Erfindung
9	c	30	7	im Handel verfügbares Al-Si-heißgetauchtes Stahlblech

3421000

- 30 -<sup>32</sup>Beispiel 5

Al-Si-heißgetauchtes Stahlblech gemäß der Erfindung.

Ein Stahlstreifen mit einer Dicke von 0,7 mm und 0,015 Gew.-% Gesamt-C und 0,0085 Gew.-% gelöstem N wurde wie in Beispiel %, (1) hergestellt. Der Streifen wurde entgast und in üblicher Weise gebeizt und sodann 5 Sekunden lang in ein Al-4,8% Si-Bad eingetaucht, welches auf einer Temperatur von 680°C gehalten wurde, um so ein Aluminium-heißgetauchtes Stahlblech mit einem Überzugsaufbau von 80 g/m<sup>2</sup> pro eine Seite herzustellen. Das Aluminium-heißgetauchte Stahlblech wurde sodann mit einer Walzrate von 50% gewalzt und mit einer Temperatur von 550°C 6 Stunden lang angelassen, um ein Produkt gemäß der Erfindung zu erzeugen. Das Produkt (No.11) hatte eine Dicke von 0,35 mm und einen Überzugsaufbau von 40 g/m<sup>2</sup> pro einer Seite.

Kontrollprodukte.

Die Kontrollprodukte (No. 12 bis 14) waren im Handel verfügbare Al-Si-heißgetauchte Stahlbleche mit einer Dicke von 0,35 mm mit einem Überzugsaufbau von 40 g/m<sup>2</sup> bzw. 60 g/m<sup>2</sup> bzw. 80g/m<sup>2</sup>, und der Stahl der Produkte bestand im wesentlichen aus: 0,054 Gew.-% Gesamt-C, eine Spur Si, 0,30 Gew.-% Mn, 0,013 Gew.-% P, 0,010 Gew.-% S und 0,0021 Gew.-% gelösten N, wobei der Rest Fe war.

Die Proben des erfindungsgemäßen Produkts und Proben aus den Kontrollprodukten wurden auf ihre Formfähigkeit und ihren Korrosionswiderstand hin in der Weise untersucht, wie dies in Beispiel 4, (3) und (4) beschrieben wurde.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 dargestellt.

3227853

28.07.82

33

- 31 -

Tabelle 7

Formbarkeit und Korrosionswiderstand Al-Si-heißge-  
tauchter Stahlbleche

No.	Überzugs- aufbau p. einer Sei- te (g/m <sup>2</sup> )	in Stahl waren in Gew.-% enthalten:		enger Biege- test	Salzsprühtest (Tage vor dem Auftreten roter Rostgrübchen)	
		Gesamt-C	gelöstes N		flache Zone	Biege- zone
11	40	0.015	0.0083	a	62	57
12	40	0.054	0.0021	c	29	6
13	60	0.054	0.0021	b	55	15
14	80	0.054	0.0021	b	72	20

Beispiel 6

Ein Stahlstreifen mit einer Dicke von 0,7 mm und 0,018 Gew.-% Gesamt-C und 0,064 Gew.-% gelöstes N enthaltend wurde, wie in Beispiel 4, (1) beschrieben, hergestellt. Der Streifen wurde in üblicher Weise entfettet und gebeizt und sodann 5 Sekunden lang in ein Al-6,7% Si-Bad eingetaucht, welches auf einer Temperatur von 650°C gehalten wurde, um ein Aluminium-heißgetauchtes Stahlblech mit einem Überzugsaufbau von 80 g/m<sup>2</sup> pro einer Seite vorzusehen.

Teile des heißgetauchten Stahlblechs wurden mit unterschiedlichen Walzraten gemäß Tabelle 8 gewalzt und sodann bei einer Temperatur von 530°C 10 Stunden lang angelassen, um die acht in der gleichen Tabelle angegebenen Produkte zu erzeugen.

3221000

20.04.2008

- 32 -  
34

Bei aus diesen Produkten genommenen Proben wurde der Test gemäß Beispiel 4, (3) und (4) ausgeführt.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 8 gezeigt.

Tabelle 8

Formbarkeit und Korrosionswiderstand der gewalzten und angelassenen Al-Si-heißgetauchten Stahlbleche

No.	Walz- rate (%)	Dicke des Blechs (mm)	Überzugs- aufbau p. einer Seite (g/m <sup>2</sup> )	Eng- biege- test	Salzsprühtest (Tage vor dem Auftreten von roten Rostgrübchen)	
					flache Zone	Biege- zone
21	10	0.63	72	c	75	17
22	20	0.56	64	b	72	15
23	30	0.50	56	a	69	63
24	40	0.42	48	a	65	60
25	50	0.35	40	a	62	56
26	60	0.28	32	a	59	50
27	70	0.21	24	a	58	52
28	80	0.14	16	b	7	6

3227853

B.07.000

35  
- 33 -

Zusammenfassend sieht die Erfindung folgendes vor:

Ein mit Aluminium überzogenes Stahlblech mit ausgezeichneter Formfähigkeit und Korrosionswiderstand, wobei das Blech ein Stahlsubstrat mit einer rekristallisierten Struktur aufweist, eine Al-Si-Überzugsschicht einer rekristallisierten Struktur auf mindestens einer Oberfläche des Substrats und eine diskontinuierliche Zwischenschicht aus Al-Fe-Si-Intermetallverbindungen. Das Produkt kann in bequemer Weise durch Walzen eines Al-Si-heißgetauchten Stahlblechs hergestellt werden und durch Anlassen des gewalzten Blechs bei geeignet ausgewählten Bedingungen.

36  
Leerseite

3227853

39

Number:

32 27 853

Int. Cl.<sup>3</sup>:

B 32 B 15/18

Anmeldetag:

26. Juli 1982

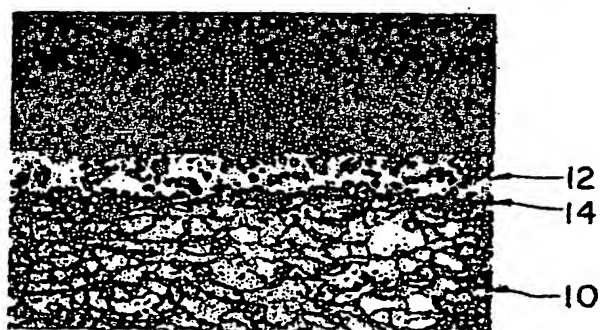
Offenlegungstag:

28. Januar 1984

FIG. 1(a)



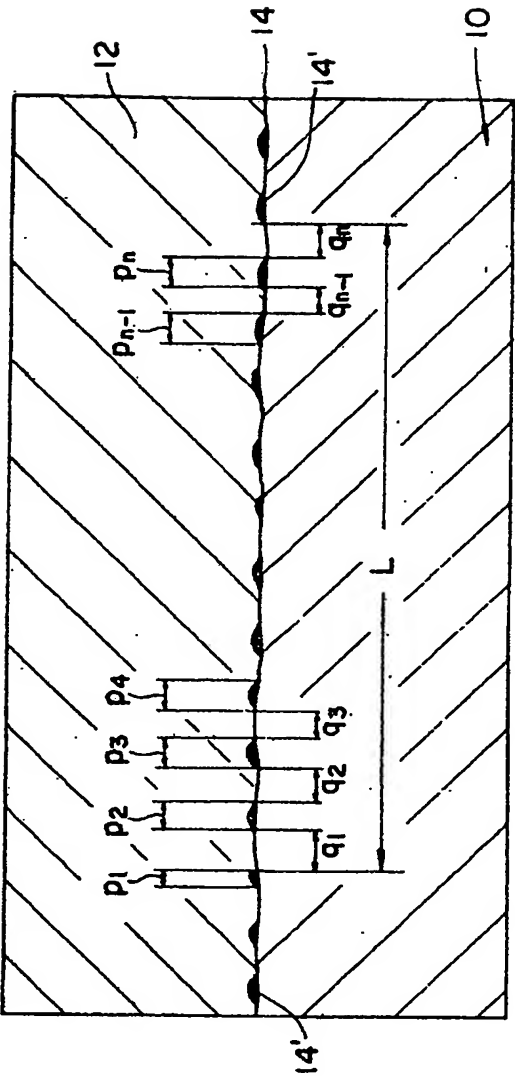
FIG. 1(b)



3227853

37

FIG. 2



37



20.01.03

38

FIG. 3

